

JPAB

CLIPPEDIMAGE= JP409118757A

PUB-NO: JP409118757A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 09118757 A

TITLE: POLYESTER FILM FOR MAGNETIC RECORDING MEDIUM

PUBN-DATE: May 6, 1997

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

HARADA, SUNAO

MIURA, YASUKI

MOGI, MASAHIKO

INT-CL_(IPC): C08J005/18; C08J005/10 ; C08K003/36 ; C08L067/02 ; G11B005/704

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a polyester film for a magnetic recording medium, having smoothness and scratch resistance without detriment to electromagnetic transduction characteristics and showing good running performances even under conditions of high temperatures and high humidity using a polyester film containing a specified amount of colloidal silica having a specified particle diameter.

SOLUTION: This polyester film for a magnetic recording medium contains at least 0.005wt.% colloidal silica having a content of particles of a particle diameter of $2a$ (μm) or below of 95wt.% (wherein a (μm) is the mean particle diameter). The polyester of which the polyester film is made mainly consists of a linear polyester such as polyethylene terephthalate or polytetramethylene terephthalate.

COPYRIGHT: (C)1997,JPO

DID:

JP 09118757 A

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-118757

(43) 公開日 平成9年(1997) 5月6日

(51) IntCl ⁵	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 J 5/18	CFD		C 0 8 J 5/18	CFD
5/10	CFD		5/10	CFD
C 0 8 K 3/36	K J S		C 0 8 K 3/36	K J S
C 0 8 L 67/02			C 0 8 L 67/02	
G 1 1 B 5/704			G 1 1 B 5/704	
審査請求 有 発明の数 1 O L (全 6 頁)				

(21) 出願番号 特願平8-228795
 (62) 分割の表示 特願平6-57492の分割
 (22) 出願日 昭和59年(1984) 6月19日

(71) 出願人 000003159
 東レ株式会社
 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号
 (72) 発明者 原田 直
 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内
 (72) 発明者 三浦 安紀
 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内
 (72) 発明者 茂木 正彦
 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体用ポリエステルフィルム

(57) 【要約】

【課題】 磁性層を設けた場合、電子変換特性が良好な平滑性と耐すり傷性と高温高湿での良好な走行性を得ることができる。

【解決手段】 平均粒径を a ($m\mu$) としたとき、95 wt %以上の粒子が $2a$ ($m\mu$) 以下の範囲内にあるコロイダルシリカを少なくとも0.005 wt %含有してなる磁気記録媒体用ポリエステルフィルム。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均粒径を a (μm) としたとき、95 wt%以上の粒子が $2a$ (μm) 以下の範囲内にあるコロイダルシリカを少なくとも0.005 wt%含有してなる磁気記録媒体用ポリエステルフィルム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は磁気記録媒体用ポリエステルフィルムに関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来、磁気記録媒体用ポリエステルフィルムには、巻取り、スリットなどの作業性向上のため、あるいはビデオテープレコーダー内のテープ走行性付与のためにフィルム表面に無数の微小突起が設けられている。しかしこれらの微小突起は磁気記録に必要な電磁変換特性を悪化させたり、ドロップアウト（記録損失）やカラーノイズの発生の原因になったりしている。

【0003】 ここで問題となるのは、フィルム表面の突起が従来、電磁変換特性を悪化させない微小突起が得られなかったことと平均突起径は比較的微小であっても広い粒度分布をしているために粗粒による悪影響が大きかったことである。

【0004】 たとえば、磁性物質をポリエステルフィルムの表面に蒸着せしめた蒸着型ビデオテープにいたっては、磁性層の厚さが非常に薄いため、使用するベースフィルムの表面形態が、そのまま磁性体蒸着後の蒸着薄膜表面形態となる。そのためベースフィルムの表面粗さが粗いと蒸着ビデオテープの電磁変換特性が著しく悪くなる。この電磁変換特性の面から考えると、平滑な全くの鏡面からなるベースフィルムが好ましいが、そのようなベースフィルム上に形成された蒸着膜は、蒸着面がそのまま鏡面を保つので、すべり性が非常に悪く、蒸着面に保護膜層を設けるようなことをしない限り、蒸着工程以降のテープ化プロセスにおいて大量のすり傷が発生し、全く実用性はなくなる。

【0005】 また蒸着ビデオテープの実際使用時の重大な問題は蒸着面の走行性である。従来の磁性体粉末を有機バインダーに混入させてベースフィルムに塗布してなる塗布型ビデオテープの場合には、バインダー中に滑剤を入れて磁性面の走行性を向上させることができるが、蒸着ビデオテープの場合、蒸着面の走行性は保護膜層を設けない限り一般に使用できず、また、保護膜層を均一に蒸着面上に設けることは困難であるので、蒸着テープの場合、蒸着面の走行性向上、特に実際に使用される時の過酷な条件下、すなわち高温高湿条件下での走行性向上が計れないなどの欠点があった。

【0006】

【発明が解決しようとする目的】 本発明の目的は、電磁変換特性をも悪化させない平滑性、耐すり傷性、高温高湿条件下においても良好な走行性などが得られる磁気記

録媒体用ベースフィルムを提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明の上記目的は平均粒径を a (μm) としたとき、95 wt%以上の粒子が $2a$ (μm) 以下の範囲内にあるコロイダルシリカを少なくとも0.005 wt%含有してなる磁気記録媒体用ポリエステルフィルムによって達成される。

【0008】

【発明の実施の形態】 本発明にいうポリエステルとは、線状ポリエステルの主体とするものであればどのようなものでもよい。たとえばポリエチレンテレフタレート、ポリテトラメチレンテレフタレート、ポリ-1, 4-ジクロヘキシレンジメチレンテレフタレート、ポリエチレン-2, 6-ナフタリンジカルボキシレート、ポリエチレン-P-オキシベンゾエートなどがその代表例である。

【0009】 また上記のポリエステルは、ホモポリエステルであっても、コポリエステルであってもよい。コポリエステルの場合、共重合する成分としては、たとえば、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、ネオペンチルグリコール、ポリエチレングリコール、P-キシリレングリコール、1, 4-シクロヘキサレンジメタノールなどのジオール成分、アジピン酸、セバシン酸、フタル酸、イソフタル酸、2, 6-ナフタリンジカルボン酸、5-ナトリウムスルホイソフタル酸などのジカルボン酸成分、トリメリット酸、ピロメリット酸などの多官能カルボン酸成分、P-オキシエトキシ安息香酸などが挙げられる。なお、共重合の場合、共重合する成分は20モル%以下とする。

【0010】 さらに、上記のポリエステルは、他にポリエステルと非反応性のスルホン酸のアルカリ金属塩誘導体、該ポリエステルに実質的に不溶なポリアルキレングリコールなどの少なくとも一つを5重量%を超えない程度に混合してもよい。

【0011】 本発明にいうコロイダルシリカは、微細な単一粒径を有するもので、具体的には、水ガラスからイオン交換法や透析などの処理で得たケイ酸を微小シリカ粒子に付着させて成長させる水ガラス法、およびアルコール溶媒中にケイ酸エステルを加水分解するアルコキシド法で合成されるものなどが使用できる。いずれも粒度分布が均一で、凝集粒子が少なく、粒子形状も極めて球形に近い特徴を持っている。

【0012】 従来、フィルム表面に突起を形成し、走行性などを改善する方法として、微小な不活性無機粒子を添加する方法が知られている。これらの不活性無機粒子の例としてはカオリン、炭酸カルシウム、酸化チタン、シリカなどの粒子が適用されている。しかしこれらの粒子は形状が不定形であり、特にシリカ、酸化チタンなどは多数の微小粒子が凝集した形状をとっているなど、粒径は不均一で、粗大粒子も多く、粒度分布も幅広い特徴

を持っている。これらの欠点を改良するため、粉碎処理、分散処理を併用するなどして、粒径を均一化する試みもなされているが、効果は不十分であり、形成する突起形状も均一ではなく、効果は不十分であった。

【0013】本発明においては、従来のシリカ、すなわち、従来の湿式法シリカ、ハロゲン化ケイ素の熱分解で合成する乾式法シリカのような凝集シリカや、炭酸カルシウム、酸化チタン、カオリンなどの粒子などとは全く異なる、コロイダルシリカの均一な微細単一粒子、均一な粒径などの効果により、粗大粒子に起因する粗大突起が少なく、均一な突起を多数形成することに特徴がある。

【0014】本発明におけるコロイダルシリカは、粒径が $10 \sim 1000 \text{ nm}$ であることが好ましく、より好ましくは $15 \sim 500 \text{ nm}$ 、特に $55 \sim 300 \text{ nm}$ が好ましい。比較面積は $2 \sim 200 \text{ m}^2 / \text{g}$ であることが好ましく、より好ましくは $5 \sim 181 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、特に $14 \sim 49 \text{ m}^2 / \text{g}$ が好ましい。

【0015】また、粒子の粒度分布は、均一であることが好ましく、本発明のコロイダルシリカは平均粒径を $a \text{ (nm)}$ としたとき、 95 wt\% 以上の粒子が $2a \text{ (nm)}$ 以下の分布を有することに特徴があり、特に $1.5a \text{ (nm)}$ 以下の範囲内に分布していることが好ましい。さらに具体的には、少なくとも 200 個以上のコロイダルシリカの粒子について、電子顕微鏡観察によりそれぞれの粒子について円相当径を求め、および区分された各円相当径の重量分率によって、平均径および粒度分布を算出することができる。さらにフィルムを透過型電子顕微鏡（倍率 30000 倍）で観察した際に、フィルム中に約 10 個以上の粒子が凝集しない程度に分散されているのが好ましい。

【0016】なお、コロイダルシリカ粒子の好ましい添加量は、 $0.005 \sim 5 \text{ wt\%}$ 、より好ましくは $0.02 \sim 1.0 \text{ wt\%}$ 、さらに好ましくは $0.05 \sim 0.8 \text{ wt\%}$ である。

【0017】また、そのフィルム中に延伸した際に、フィルム表面突起の原因となる重合残渣からなる内在粒子あるいは外部から加えられたコロイダルシリカ以外の不活性粒子などが含まれていてもよく、その含有量は、コロイダルシリカ以外の不活性粒子を含む場合、その突起によりコロイダルシリカ起因の突起を阻害し、本発明の効果を損なうことのないように、粒径をコロイダルシリカの粒径以下とすることが好ましい。該不活性粒子の突起がコロイダルシリカの突起に比べ小さい場合、コロイダルシリカ起因の突起が実質的に本発明の効果を支配し、良好な効果が得られる。また、同様に2種類の粒径をもつコロイダルシリカを併用してもよい。

【0018】本発明のポリエステルフィルムとは、上記のポリエステルに、上記のコロイダルシリカを配合したものを、通常の方法で形成したポリエステルフィルム、

すなわち、ポリエステルを溶融してシートまたは円筒状に押し出し、これを少なくとも一方向に延伸して形成したフィルムで、そのフィルムの機械特性としては、通常のバランスタイプ、一軸方向に強化されたタイプ、二軸方向に強化されたタイプのいずれかであることが好ましい。

【0019】また、本発明のフィルムの少なくとも一面に形成される突起は、

(イ) 面積平均径 $[D_1]$ が $0.3 \sim 5 \mu$ であることが好ましく、より好ましくは $0.4 \sim 2 \mu$ である。 0.3μ 未満では蒸着磁性面の走行性が悪化し、 5μ を超えると電磁変換特性が悪化し好ましくない場合がある。

(ロ) 表面突起径の分布のシャープさを表現する面積平均径 $[D_1]$ と個数平均径 $[D_2]$ との比 $[D_1] / [D_2]$ が 1 を超え 2.5 未満であることが好ましく、より好ましくは 1 を超え 2.0 以下である。 2.5 以上になると突起径の分布が広くなりすぎて粗大突起による電磁変換特性、特にドロップアウトの悪化につながる場合がある。この比が 1 になるような全く同一径の突起のみになることは実際上あり得ない。

(ハ) 最大突起高さ $[P]$ は 0.10μ 以下が好ましく、より好ましくは 0.05μ 以下、さらに好ましくは $0.005 \sim 0.03 \mu$ である。 0.10μ を超えると電磁変換特性が悪化する場合がある。

(ニ) 突起数 $[N]$ は $5 \times 10^3 \sim 1 \times 10^5$ ケ/ mm^2 が好ましく、より好ましくは $1 \times 10^4 \sim 4 \times 10^4$ ケ/ mm^2 である。 5×10^3 ケ/ mm^2 未満では蒸着磁性面の走行性が悪化し、 1×10^5 ケ/ mm^2 を超えると電磁変換特性が悪化する場合がある。

【0020】表面突起の状態をコントロールする上からは、光学的にフラットな表面を形成するポリエステル中にコロイダルシリカを添加するのが最も好ましい。

【0021】また、ポリエステルフィルムの表面は平滑であることが好ましく、具体的にはフィルム表面の粗さは、触針式表面粗さ計のカットオフ値 0.08 mm で、 Ra 値が 0.030μ 以下、好ましくは 0.020μ 、さらに好ましくは 0.015μ である。

【0022】なお、 Ra 値とは、触針式表面粗さ計から得られる断面曲線から適当なカットオフ値を用いて、うねりを除いた粗さ曲線において、中心線（中心線より上の部分と下の部分の面積が等しくなるようにして求められる）からの粗さ曲線の高さ（低さ）の絶対値の算定平均である（DIN 4768による）。

【0023】本発明のポリエステルフィルムは、スタンピングホイール、光学記録材料、コンデンサー、静電記録材料その他の各種の用途に適用できるが磁気記録媒体用のベースフィルム、特に、強磁性金属薄膜形成用のベースフィルムに適用するのが好ましい。

【0024】強磁性金属薄膜形成の手段は従来公知のすべての方法が用いられるが、スパッタ法、無電解メッキ

法、イオンプレーティング法、真空蒸着法が使用できる。特に真空蒸着法が好ましい。なお、強磁性金属材料としては、鉄、コバルト、ニッケルまたはこれらの合金もしくはコバルトクロム合金などを用いることができる。

【0025】高密度磁気記録媒体として十分な出力を提供する必要性の点から金属蒸着膜の厚さは一般に0.02~0.5 μ 程度がよい。このように形成される金属蒸着膜の厚さは非常に薄く、前述したようにベースフィルムの表面状態がそのまま蒸着膜の表面状態となり、電磁変換特性と蒸着磁性面の走行性との両方を満足するにはベースフィルムの被蒸着面には、前記の如き突起が存在することが好ましい。

【0026】本発明のポリエステルフィルムには、蒸着磁性面の反対面の滑り性を付与するための水又は溶剤に滑剤を分散せしめた溶液を塗布することが好ましい。滑り性を付与する方法は、従来公知のすべての方法が用いられるが、例えば滑剤+高分子バインダー+界面活性剤の水系あるいは溶剤系溶液を未延伸、一軸延伸、二軸延伸したフィルムの非蒸着磁性面に製膜時あるいは製膜後に塗布乾燥して滑り性を付与することができる。

【0027】以下、フィルム、テープの特性測定法および評価法を示す。

【0028】(1) 粒子の平均粒径および粒度分布
少なくとも200個以上のコロイダルシリカ粒子につい

て電子顕微鏡を用いて円相当径を求め、区分された各円相当径粒子の重量分率により、平均粒径および粒度分布を求める。なお、コロイダルシリカ溶液の場合は、必要に応じ遠心沈降法などを採用してもよい。

【0029】(2) フィルムの突起

(イ) 面積平均径 [D_1] と個数平均径 [D_2]、突起数 [N]

ケンブリッジインストルメント社製(英国製)“Quantimet”720を用いた。観察するフィルム表面に400~500オームストロング程度の厚みにアルミニウムを真空蒸着し反射型金属顕微鏡(対物32倍、接眼8倍)で100視野観察して、突起の部分が黒く観察されるのをコントラスト的に検出し画像処理される。

【0030】画像処理は突起数と突起面積を測定し、 $3.14 \times 10^{-2} \sim 78.5 \mu m^2$ の面積の範囲を15ヶに区分されたステップに個々の面積の突起を区分する。各ステップの中間の面積から突起径は円相当径として計算され、15ステップからなる各ステップの表面突起径 [D_n] の突起数 [N_n] および各ステップの表面突起径 [D_n] の面積の和 [A_n] との関係が把握される。この各ステップの表面突起径における突起数と面積の和から突起径の面積平均径 [D_1] と個数平均径 [D_2] が各々次式で計算される。

【0031】

【化1】

$$\text{面積平均径 } [D_1] = \frac{\sum ([D_n] \times [A_n])}{\sum [A_n]}$$

$$\text{個数平均径 } [D_2] = \frac{\sum ([D_n] \times [N_n])}{\sum [N_n]}$$

$$\text{突起数 } [N] = \sum N_n$$

(ロ) 最大突起高さ [P]

小坂研究所(株)製、高精度薄膜段差測定器(型式:ET-10)を使用して触針径円錐型0.5 μ R、針圧5mg、測定スピード4 μ /秒

縦倍率100万倍、横倍率1000倍、カットオフ0.016mmの条件下でチャートをかかせ、5面測定したフィルム表面粗さ曲線から各々測定長さ0.3mmの部分を抜き取り、5面測定中で最大ピークと最小バレーとの差を最大突起高さ [P] とする。

【0032】(3) テープ特性

テープ特性は一般市販のVHS方式のVTRを用い、録画、再生を繰り返して評価した。テープ走行性の評価は常温常湿、高温高湿の2条件下での再生を行ない、テープ走行の乱れによる画面のゆらぎを観察することにより行なった。評価基準は次の通りである。

○: 走行順調で再生画面のゆらぎが全くなし。

×: ところどころで走行が遅くなり、再生画面のゆらぎが生ずる。

【0033】(4) 耐すり傷性

耐すり傷性の評価は、やはり常温常湿および高温高湿条件下で100回繰り返し走行させたあとのテープ薄膜上のすり傷観察により行なった。評価基準は次の通りである。

○: テープ薄膜面上に極めて弱いすり傷の発生が少し見られる。

【0034】×: テープ薄膜面上にきついすり傷が発生する。

なお、常温常湿とは25℃・60%RHであり、高温高湿とは40℃・80%RHの条件である。

【0035】(5) S/N比

S/N比は50%白レベル信号を各テープの最適記録電流で記録し、再生時のビデオ複製信号に含まれる信号Sと雑音Nの比をビデオノイズメーターを用い、市販のVHS標準テープを0dBとして比較測定した。

【0036】(6) ドロップアウト

ドロップアウトは、磁気記録テープに3段階被信号を

最適記録電流で記録し、再生時のビデオヘッドアンプ出力の減衰量が18dB、接続時間2.0μsec以上のドロップアウトを10分間ドロップアウトカウンターで測定し、1分間当りの平均をとった。S/N比、ドロップアウト測定は常温常湿条件で行なった。

【0037】本発明の磁気記録媒体用ポリエステルフィルムに設ける強磁性体薄膜、特に蒸着型磁性薄膜は上記ポリエステルフィルムの少なくとも片面に設ける。本発明のフィルム表面積は広く、特に磁気ヘッドとの接触面積が非常に小さくなるため、強磁性体薄膜面の走行性は極めて良好なものとなる。

【0038】次に、本発明ポリエステルフィルムの製法について具体例を挙げて説明する。

【0039】まず水ガラス法またはアルコキシド法によって得られたコロイダルシリカをポリエステル中に含有させる。水ガラス法で得られたコロイダルシリカよりアルカリ分を除去して得られる水系コロイダルシリカは後の工程で凝集に注意すること、特殊処理することで最終的にはほぼ一次粒子の状態で存在する点で最も好ましい。コロイダルシリカは水を含んだままグリコールと混合して使用してもよいし、水をグリコールに置換して使用してもよい。さらにコロイダルシリカは最終的に重合系内に添加される直前において、必要添加濃度のコロイダルシリカを含むグリコール溶液を30mmHg以下、好ましくは1~10mmHgの減圧下で、たとえば発振周波数20KHz、発振出力150W以上の、超音波処理を30分以上施す。この特殊処理で二次凝集の原因と思われる低沸点物質を除去することが、非常にシャープな粒度分布のコロイダルシリカの特徴を生かし、二次凝集を防ぐのに効果的である。

【0040】このようにして準備された、均一に分散した超微小単一粒子径のコロイダルシリカ粒子を含むポリエステルポリマーを通常の押出機で熔融押出しし、冷却ドラムで冷却した未配向のフィルムを、通常の方法で、一方向に延伸後、直角方向に延伸を行なうか、あるいは直角方向延伸後、さらに前記一方向に再延伸し熱処理する。さらに、具体的には前記説明のポリエステル原料を用い、通常の製膜機により熔融押出し、冷却後、3~5倍に一軸延伸し、二軸延伸後のステンター予熱部で90~120℃で予熱後90~120℃の延伸温度で2.5~4.5倍に横延伸する。この段階で実質的に本発明の表面突起を有するポリエステルフィルムが得られる。さらに、この横延伸フィルムを180℃~220℃で熱処理、あるいは1.1~1.8倍に、再縦延伸後180~220℃で熱処理すると本発明の二軸延伸ポリエステルフィルムが得られる。

【0041】以上述べたように本発明は超微小単一表面突起を有するポリエステルフィルムで、該表面上に形成する蒸着薄膜は表面の走行性能が飛躍的に向上したものである。しかも蒸着テープの電磁変換特性を損うことも

なく、粗大突起がないためドロップアウトが増加することもない。

【0042】

【実施例】次に、本発明ベースフィルム製造およびそのベースフィルムを使用したビデオテープの製造例について説明する。

【0043】実施例1

平均粒径60μm、濃度20wt%の水系コロイダルシリカにエチレングリコール(EG)を少しずつ添加しながら、注意して水を蒸留除去し、シリカ濃度10wt%のEG置換コロイダルシリカを調整した。液表面および器壁に少量のシリカ凝集物が見られたので、これを濾過した。

【0044】ジメチルテレフタレート(DMT)100部、酢酸Zn0.02部よりなる系へ、上記のEG置換コロイダルシリカおよび追加EGを、シリカが生成ポリエステル重量に対して0.2wt%、DMTに対する合計EGのモル比が2.5となるようなEG溶液を1~2mmHgの減圧下で、発振周波数20KHz、発振出力300Wの超音波分散機で約2時間処理した。このコロイダルシリカについて電子顕微鏡で500個の粒子について観察したところ、平均粒子径は60μmであることが確認され、120μm以上の粒子は0.5wt%であった。さらに、2個以上の粒子が凝集しているものは観察されなかった。また、面積相当径を算出するにあたり、長径と短径の比を求めたところ、その平均比率は1.03と真球に近い形状であった。

【0045】この処理液を加え、180~240℃でエステル交換反応を行なった。ついで三酸化アンチモン0.035部およびトリメチルホスホネート0.04部を加え、240~270℃でゆるい減圧下で前重合を行ない、さらに270~280℃で高真空下で重縮合反応を行ない4時間で反応を終了した。

【0046】得られたポリエチレンテレフタレートの極限粘度は0.65であった。このポリマーをチップ化後乾燥し、フィルム成型機で290~300℃で押出し後冷却ドラムで冷却し、210μmの未延伸フィルムを作成し、縦方向に90℃で3.5倍、横方向に100℃で4.0倍、逐次二軸延伸を行ない、さらに205℃で30秒間固定を行ない厚さ14μmのポリエチレンテレフタレートフィルムを作製した。

【0047】その後、ポリウレタン樹脂、塩化ビニール-酢酸ビニール共重合体をバインダーに炭酸カルシウム、シリコーンを含む易滑処理塗液を上記フィルムの片面に塗布・乾燥した。続いて易滑処理塗液を塗布した反対面に真空蒸着によりコバルト-ニッケル合金薄膜を0.1μmの膜厚で形成し、所定幅にフィルムの機械方向に切断し、厚さ15μmの磁気テープとした。この特性を表1に示す。

【0048】実施例2

実施例1のベースフィルム製造において、使用したコロイダルシリカの添加濃度を0.1wt%にした他は実施例1と同様にして磁気テープを得た。テープ特性を表1に示した。

【0049】実施例3

実施例1のベースフィルム製造において、平均粒径が100nmのコロイダルシリカを0.1wt%の添加濃度で使用した他は実施例1と同様にして磁気テープを得た。テープ特性を表1に示した。

【0050】比較例1

実施例1のポリマー作成時における10wt%濃度のコロイダルシリカを含有するEGの代わりに、高速攪拌機で分散された平均粒径60nmの乾式法シリカを濃度10wt%含有するEGを使用する他は実施例1と同様にして磁気テープを得た。テープ特性を表1に示した。

【0051】

【表1】

			実施例1	実施例2	実施例3	比較例1
不活性無機粒子	粒 子 種		コロイダルシリカ	コロイダルシリカ	コロイダルシリカ	乾式法シリカ
	平均粒径 a [mμ]		60	60	100	60
	比表面積 [m ² /g]		45	45	27	45
	添 加 量 [wt%]		0.2	0.1	0.1	0.2
	粒 度 分 布 (Za90wt%)		99.5	99.4	99.0	83.4
フィルム表面状態	面積平均径 D _{面積} [μ]		0.6	0.5	0.9	2.4
	面積平均径 D _{面積} /質量平均径 D _{質量}		1.5	1.4	1.9	3.5
	最大突起高さ P [μ]		0.020	0.017	0.025	0.11
	突 起 数 [ヶ/1]		8.5×10 ⁴	3.0×10 ⁴	2.5×10 ⁴	3.5×10 ⁴
テープ特性	走 行 性	常温常湿	○	○	○	○
		高温高湿	○	○	○	○
	耐すり傷性	常温常湿	○	○	○	○
		高温高湿	○	○	○	○
	電磁変換特性	S/N比 dB	+12	+14	+10	+5
		フロッピーレート ヶ/min	30	25	27	90
備 考						フィルム中にシリカの凝集物を検出

【0052】

【発明の効果】以上述べたように、本発明は、ポリエステル中に特定の粒径分布を有するコロイダルシリカを添

加したフィルムであって、これに磁性層を設けた場合、電磁変換特性が良好な平滑性と、耐すり傷性と、高温高湿での良好な走行性を得ることができた。

T R A N S L A T I O N

Japan Patent Agency, Gazette for Unexamined Patents (JP,A)

Patent Application Disclosure: Kokai H9-118757 (1997)

Disclosure Date: May 6, 1997

Inventions: 1 (Total of 6 pages)

Request for Examination: Requested

POLYESTER FILM FOR MAGNETIC RECORDING MEDIUM

Application No.: H8-228795 (1984)

Application Date: June 19, 1984

Inventors: Tadashi HARADA; Yasunori MIURA; Masahiko MOGI

Applicant: To-rei KK

Metropolitan Tokyo, Chuo-ku, Nihonbashi, Muro-machi,

2-2-1

[Title of the Invention]

POLYESTER FILM FOR MAGNETIC RECORDING MEDIUM

[Summary]

[Subject]

If a magnetic layer is provided, there can be electronic conversion properties of smoothness and scratch resistance as well as good movement properties at high temperature and high humidity.

[Means for Resolving]

A polyester film for a magnetic recording medium that contains at least 0.005 wt.% of colloidal silica of which more than 95% by wt. grain is in a range of less than $2a$ ($m\mu$) when an average grain diameter is set as a ($m\mu$).

[Claim 1]

A polyester film for magnetic recording medium that contains at least 0.005 wt.% of colloidal silica of which a more than 95% by wt. grain is in a range of less than $2a$ ($m\mu$) when an average grain diameter is set as a ($m\mu$).

[Specification]

[0001]

[Technical Field of this Invention]

This invention concerns a polyester film for a magnetic recording medium.

[0002]

[Prior Art Technology]

In the past, polyester film for a magnetic recording medium has provided a countless number of fine protrusions over a film surface in order to improve operating ability (e.g., winding and slit, etc.) or in order to give tape movement properties inside of a video tape recorder. However, these fine protrusions may deteriorate the necessary electromagnetic conversion properties to a magnetic recording, or it may cause the noise or drop out (recording loss).

[0003]

The problem here is that, in the past, a fine protrusion (which does not deteriorate electromagnetic conversion properties) could not be obtained and even though the average diameter of film surface's protrusions is comparatively small, it has a wide degree of grain distribution. These rough grains have exerted a large negative influence.

[0004]

For example, an evaporation-type video tape (which evaporates a magnetic substance over the surface of a polyester film) has a very thin magnetic layer. Therefore, the surface shape of the used base film becomes an evaporation thin film surface shape after an evaporated magnetic body. Consequently,

the surface of the base film is rough and the electromagnetic conversion properties of an evaporation video tape becomes extremely poor. From the standpoint of these electromagnetic conversion properties, a smooth and absolutely mirror surfaced base film is preferred. However, the evaporation surface of the evaporation film (which is formed over such a base film) keeps the mirror surface, as is, so that slideability is very poor. Therefore, if the evaporation surface is not provided with a protective film layer, great scratches are generated during the tape making process after the evaporation process. As a result, it has absolutely no practicality.

[0005]

A significant problem at the time of the evaporation video tape's actual use movement properties of the evaporation surface. In a prior art case of a coated-type video tape (which mixes a magnetic powder into an organic binder and coats it on a base film), a lubricant was added into the binder and the movement properties of the magnetic surface were improved. However, with regard to the evaporation video tape, the appropriate movement properties of the evaporation surface cannot be obtained unless a protective film layer is provided. It is also difficult to evenly provide a protective film layer over the evaporation surface. Therefore, with regard to evaporation tape, an improvement of the movement properties of the evaporation surface, especially any severe conditions at the actual time of use, cannot be achieved.

More specifically, movement properties improvement under high temperature and high humidity conditions cannot be achieved.

[0006]

[Objective for Resolution by the Invention]

The objective of this invention is to offer a polyester film for a magnetic recording medium that has a smoothness, scratch resistance and good movement properties under high temperature and high humidity conditions.

[0007]

[Means for Resolving Problems]

This invention's above objective can be achieved by a polyester film for a magnetic recording medium consisting of at least 0.005 wt.% of colloidal silica of which a more than 95% by wt. grain is in a range of less than 2 μ when an average grain diameter is set as a μ .

[0008]

[Example Mode of this Invention]

This invention's polyester may be any polyester so long as it uses a linear polyester as the main component. For example, polyethylene terephthalate, polytetramethylene terephthalate, poly-1, 4 - di cyclohexylene di methylene terephthalate, polyethylene - 2, 6 - naphthalene dicarboxylate, polyethylene - P-oxy benzoate, etc. are typical.

[0009]

The above mentioned polyester can also be either

homopolyester or copolyester. In a case of a copolyester, a diol component (e.g., diethylene glycol, propylene glycol, neo pentyl glycol, polyethylene glycol, neo pentyl glycol, polyethylene glycol, P - xylene glycol, 1, 4- cyclohexane di methanol, etc.), a dicarboxylic acid component (e.g., acipic acid, sebacic acid, phthalic acid, isophthalic acid, 2, 6-naphthalene dicarboxylic acid, 5-sodium sulfone isophthalic acid, etc.) and a polyfunctional carboxylic acid component (e.g., trimellitic acid, pyro-mellitic acid, etc.) are all usable as the copolymerizing component. With regard to copolymerization, the copolymerizing component is set to less than 20 mol%.

[0010]

The above mentioned polyester can be mixed with at least one of an alkali metal salt derivative of sulfonic acid (which is non-reactive to other polyester) and a polyalkylene glycol (which is essentially not soluble with the polyester) while not exceeding 5% by weight.

[0011]

The colloidal silica of this invention has a fine single grain diameter. More specifically, a silicic acid [which is obtained from a water glass by for example, a means of ion exchange or dialysis, etc. It is adhered to a fine silica particulate and grown. One which is synthesized by an alkoxide means (which hydrolyses a silicic acid ester in an alcohol solvent) can be used. Both of them have an even degree of grain

distribution, less grain coagulation, and the grain shape is very close to globular.

[0012]

Up to now, a method for adding a very small inactive inorganic grain has known as a method for improving the movement properties, etc. by forming a protrusion over the surface of the film. Grains such as kaoline, calcium carbonate, titanium oxide and silica, etc. are all usable as these inactive inorganic grains. However, the shape of these grains is irregular. This is especially true in the case of silica and titanium oxide, etc. They have a shape which aggregate multiple numbers of fine grains. As a result, they have properties which include uneven grain diameter, most of the grains are coarse and large, and also there is a broad distribution of grain degree. In order to improve these disadvantages, there has been various research to make uniform the diameter of the grains (e.g., combining a grinding treatment or dispersion treatment, etc.). There has not yet been sufficient effect and the protrusion shapes are not uniform.

[0013]

The characteristic of this invention is to form uniform fine single grains of colloidal silica and by forming a multiple number of uniform protrusions by the effect of this uniform grain diameter without having a coarse and large protrusion [which is originated by a coarse and large grain]. These are absolutely different grains from the prior art silica. More specifically, the

prior art wet-type means silica, aggregated silica (e.g., a dry-type silica which is synthesized by the thermo-decomposition of halogenated silicate) calcium carbonate, titanium oxide, kaoline, etc.).

[0014]

This invention's preferable colloidal silica is 10 - 1,000 $m\mu$, (more preferably 15 - 500 $m\mu$, especially preferably 55 - 300 $m\mu$). A preferable comparative area is 2 - 200 m^2/g , (more preferably 5 - 181 m^2/g , especially preferably 14 - 49 m^2/g).

[0015]

A uniform grain degree distribution is preferred. The characteristic of this invention's colloidal silica is to have less than 2a ($m\mu$) of more than 95% by weight grain when the average grain diameter is set as a ($m\mu$) [especially preferably, the distribution is less than 1.5 a ($m\mu$)]. More specifically, each circle equivalent diameter of, at least, more than 200 colloidal silica grains is obtained by an electron microscope observation. The average diameter and grain degree distribution can be calculated by the weight portion rate of each divided circle equivalent diameter. Moreover, it is preferable to disperse more than ten grains which are not aggregated in the film when the film is observed through a translucent-type electron microscope (30,000 magnification).

[0016]

The preferable amount of the added colloidal silica grain is

0.005 - 5 wt.%, (more preferably, 0.02 - 1.0 wt.%, especially preferably, 0.05 - 0.8 wt.%).

[0017]

An intrinsic grain [which consists of a polymerization residual caused by the protrusions of the film surface] or an inactive grain [which is added from the outside], etc. other than the colloidal silica can be contained when it is drawn into its film. When inactive grains other than colloidal silica are contained, the amount is such so that its protrusions do not obstruct the protrusion of the colloidal silica and do not ruin this invention's effect. The grain diameter is preferred to be less than the grain diameter of the colloidal silica. When the protrusion of the inactive grain is smaller than the protrusion of colloidal silica, the protrusion of the colloidal silica essentially controls this invention's effect and a good effect is obtained. A colloidal silica having two kinds of grain diameter is also jointly usable.

[0018]

This invention's polyester film is a polyester film which is one which combines the colloidal silica to the above mentioned polyester by a common method. More specifically, this invention's polyester film is a film which is formed by melting and extruding a polyester into a sheet or cylindrical shape and spreading in at least one direction. The mechanical properties of the film is preferred one of a type (e.g., normal balanced-type, type which

has been reinforced in a uniaxial direction, etc.).

[0019]

It is actually impossible to form absolutely the same protrusion diameter which is formed on at least one surface of this invention's film.

(a) A preferable area average diameter $[D^1]$ is $0.3 - 5\mu$, (more preferably $0.4 - 2\mu$). If it is less than 0.3μ , the movement properties of the deposited magnetic surface deteriorates. If it exceeds 5μ , the electron magnetic conversion properties deteriorate.

(b) A preferable ratio $[D^1] / [D^2]$ [which represents the sharpness of the surface protrusion diameter distribution] of an area average diameter $[D_1]$ and number of average diameters $[D_2]$ exceeds 1 but is less than 2.5 (more preferably, exceeds 1 but is less than 2.0). If it exceeds 2.5, the distribution of the protrusion diameter becomes too wide, and it is linked to the deterioration of the electromagnetic conversion properties, especially, the deterioration of drop-out by the coarse and large protrusions.

(c) The preferable maximum protrusion height $[P]$ is less than $0.10\mu\text{m}$ (more preferably less than $0.05\mu\text{m}$, especially preferably $0.005 - 0.03\mu\text{m}$). If it exceeds $0.10\mu\text{m}$, the electromagnetic conversion properties deteriorate.

(d) The preferable number of protrusions $[N]$ is $5 \times 10^3 - 1 \times 10^5$ piece/ mm^2 , (more preferably $1 \times 10^4 - 4 \times 10^4$ piece/ mm^2). If it

is less than 5×10^3 piece/mm², the movement properties of the deposited magnetic surface deteriorates. However, if it exceeds 1×10^5 piece/mm², the electromagnetic conversion properties deteriorate.

[0020]

A colloidal silica is most preferably added in a polyester {with an optically formed flat surface} in order to control the condition of the surface protrusions.

[0021]

The surface of the polyester film is preferably flat. More specifically, the roughness of the film surface is the 0.08mm cut off value of a stylus surface roughness tester. A Ra value is less than 0.030μ , (preferably 0.02μ , more preferably 0.015μ).

[0022]

Ra value means a corrected average of the absolute value of the height (short) of a rough curve line from the center line (it is obtained from the center line so as to become an equal area of the upper and lower section) in a rough curve line [which has eliminated sinuosity]. (By DIN 4768)

[0023]

This invention's polyester film is a base film for a stamping foil, optical recording material, condenser, electrostatic recording material and a magnetic recording medium that is able to be used for various other purposes, e.g., preferably used for a ferromagnetic thin metal film formation.

[0024]

All of the prior art methods can be used as the means to form a ferromagnetic thin metal film, but means of spatter, means of electroless plating, means of ion plating and means of vacuum depositing can specifically be used. Means of vacuum depositing is especially preferred. Iron, cobalt, nickel or their alloy or cobalt-chrome alloy, etc. are all usable as a ferromagnetic metal material.

[0025]

The thickness of metal deposited film is commonly preferred to be about $0.12 - 0.5\mu$ from the standpoint of necessity to offer a sufficient output as a high-density magnetic recording medium. The thickness of the metal deposited film formed in such a manner is very small and, as explained above, the surface condition of the base film becomes the surface of the deposited film. In order to satisfy both electromagnetic conversion properties and movement properties of the deposited magnetic surface, the above explained protrusions are preferably present over the surface on which is to be deposited the base film.

[0026]

It is preferable to coat either water or a solution which has dispersed a lubricant to a solvent in order to give sliding properties to the opposite surface of the magnet deposited surface. All of the commonly known methods can be used as means to provide the sliding properties. For example, the sliding

properties can be applied by coating a water system of a lubricant + a high-molecular binder + a surfactant or a solvent-system solvent over a non-magnet deposited surface of film [which has been non-elongated, uniaxially elongated or biaxially drawn] and dried before or after the film is made. The sliding properties are then given.

[0027]

The means of properties measurement and means of evaluation of film and tape are shown below.

[0028]

(1) Average Grain Diameter and Grain Degree Distribution

A circle equivalent diameter of at least more than 200 pieces of colloidal silica grains is obtained by using an electronic microscope. The average grain diameter and grain degree distribution are obtained by the weight portion rate of each circle equivalent diameter grain. In a case of colloidal silica solution, according to its need, a centrifugal sedimentation method, etc., can be used.

[0029]

(2) Protrusion of Film

(a) Area Average Diameter: $[D^1]$; Number of Average Diameter: $[D^2]$; Number of Protrusion $[N]$

"Quantimet" 720 of Kembridge Installment KK (England) is used

About 400 - 500 ohm strong* thickness of aluminum is vacuum deposited over the surface of the film and is observed 100 visual

field by a reflection-type metal microscope (object 32 times; ocular 8 times). A black protrusion section, as the contrast, is detected and image treated.

[0030]

The image treatment is measured, and each area protrusion is divided into a step [which divides the area zone of $3.14 \times 10^{-10} - 78.5\mu\text{m}^2$ into 15 steps]. The protrusion diameter is calculated as a circle equivalent diameter from the middle area of each step.

The relationship of the protrusion number $[N_n]$ of surface protrusion diameters $[D_n]$ of each step and the total of area $[A^n]$ of the surface protrusion diameter $[D^n]$ of each step is then grasped. The area average diameter $[D_1]$ of the protrusion diameter and the number of the average diameter $[D_2]$ are calculated from the total of the protrusion number and area in the surface protrusion diameter of each step by the following formula.

[0031]

[Chem. 1]

Area average diameter

Number of average diameter

Protrusion number

(b) Maximum Protrusion Height [P]

By using (ET-10) high precision thin film grade difference measurement machine of Kosaka Kenkyu-sho KK, a chart is made under the following conditions: stylus diameter cone-type $0.5\mu\text{R}$, needle pressure 5mg, measuring speed $4\mu/\text{sec}$. 10,000 times vertical magnification, 1,000 times horizontal magnification and 0.016mm cut off. Each of the sections of a measurement length of 0.3mm is pulled out from the film surface roughness curve line [which has measured 5 surfaces]. The difference between the maximum peak and minimum bale* in the 5 surface measurements is set as the maximum protrusion height [P].

[0032]

(3) Tape Properties

A commercially available VHS system VTR is used. Recording and playback are repeated and the tape properties are evaluated. A playback is conducted under the two conditions: (1) normal temperature and humidity and (2) high temperature and humidity. The movement properties of the tape are then evaluated by observing the fluctuation on the screen caused by tape movement problems. The evaluation standard is shown as the following:

- 0: The movement is smooth and there is absolutely no fluctuation on the playback screen.
- x: The movement is delayed off and on, and there is a fluctuation on the playback screen.

[0033]

(4) Scratch Resistance

The scratch resistance is evaluated by observing any scratches over a tape thin film after movement is repeated 100 times under normal temperature and humidity and high temperature and humidity. The evaluation standard is shown as the following:

0: A slight generation of very weak scratching is observed on a tape thin film.

[0034]

x: Severe scratching is generated on a tape thin film surface.

Normal temperature and normal humidity are 25°C and 60% RH; high temperature and high humidity are 40°C and 80% RH.

[0035]

(5) S/N Ratio

A 50% white level signal is recorded with the maximum recording current of each tape; the ratio of signal (S) and noise (N) contained in a video reproduction signal during playback is compared by using a video noise machine and commercially available VHS standard tape as OdB. The S/N ratio is measured.

[0036]

(6) Drop Out

A three-stage step signal is recorded on a magnetic recording tape by using a maximum recording current; 18 dB attenuation of video head amp. output at playback and more than 2.0 μ sec.

continuous time of drop out are measured for 10 minutes; then the average per one minute is taken. The measurement of drop out and S/N ratio are conducted under a normal temperature and normal humidity conditions.

[0037]

A ferromagnetic thin film [which is provided on this invention's polyester film for magnetic recording medium] and especially deposition-type magnetic thin film is provided on at least one surface of the polyester film. The film surface area of this invention is wide and the contact surface with the magnetic head is very small. Therefore, the movement properties of the ferromagnetic thin film surface are extremely good.

[0038]

A method for producing a polyester film of this invention is explained below with the accompanying specific examples.

[0039]

First, a colloidal silica which is obtained by either water glass means or alkoxide is to have in a polyester. A water-system colloidal silica [which is obtained by removing an alkali portion] is more preferable than the colloidal silica obtained by means of a water glass because almost primary grain condition exists at the last so long as attention is paid to aggregation at the post process and by conducting a specific treatment. The colloidal silica can be mixed with a glycol which contains water or the water can be replaced with a glycol. Moreover, the glycol

• ; .

solution [which contains the necessary added colloidal silica density] is given in excess of 30 minutes of ultrasonic wave treatment (20 KHz oscillation frequency; more than 150W oscillation output) under a decreased pressure of less than 30mmHg (preferably 1 - 10mmHg) just before the colloidal silica is finally added into a polymerization system. The properties of colloidal silica of a very sharp grain degree distribution are revived and are effective to prevent a secondary aggregation by removing a low boiling point substance [which is considered to cause a secondary aggregation].

[0040]

This polymer with an extremely fine and evenly dispersed single grain diameter is melted and extruded by common extruder and cooled by a cooling drum. This non-oriented film is drawn in one direction by a normal method. After a drawing in a right-angle direction is conducted, the drawing is again conducted in the one direction and heat treated. More specifically, by using the above explained raw polyester material, a melting and extrusion are conducted by a normal film making machine. After the result is cooled, it is uniaxially drawn to length 3 - 5 times. A stentor* pre-heat section after the biaxial drawing is pre-heated to 90 - 120°C, then horizontally drawn to 2.5 0 4.5 times at a drawing temperature of 90 - 120°C. At this stage, an essential polyester film the having surface protrusions of this invention is obtained. This horizontal drawn film is also heat

treated at 180 - 220°C. Or, after it is again vertically drawn to 1.1 - 1.8 times, a heat treatment is conducted at 180 - 220°C and this invention's biaxial drawn polyester film is obtained.

[0041]

At is explained above, this invention is a polyester film having extremely fine single surface protrusions and the deposition thin film which is formed over the surface has outstandingly improved movement properties of the surface. There is also no increase of drop out because the electromagnetic conversion properties of the deposition tape are not ruined and there are no existing coarse and large protrusions.

[0042]

[Examples]

A method for producing this invention's base film and a manufacturing example of video tape using this base film are explained below.

[0043]

Example 1:

An ethylene glycol (EG) is added little by little to a water-system colloidal silica (60m μ average grain diameter; 20Wt.% density); water is carefully removed by distillation. An EG replaced colloidal silica (10 wt.% silica density) is prepared. A small amount of silica aggregates is shown over the liquid surface and container wall, so that it is filtered.

[0044]

The above EG replaced colloidal silica and an additional EG solution [which becomes 0.2 wt.% silica to the weight of the formed polyester, and the mol ratio of total EG to DMT becomes 2.5] are treated into a system consisting of 100 parts of dimethyl terephthalate (DMT) and 0.02 part of acetic acid Zn for about 2 hours by an ultrasonic wave disperser (20 KHz oscillation frequency; 300W oscillation output) under a decreased pressure of 1 - 2mmHg. When 500 grains of this colloidal silica are observed through an electron microscope, the average grain diameter is confirmed as 60 μ . The one to which is aggregated more than two grains is not observed. When the ratio of major and minor diameters is obtained for calculating the surface equivalent diameter, its average percentage is 1.03 which is a close to the shape of a pearl.

[0045]

To this treatment solution is added an ester exchange reaction which is conducted at 180 - 240°C. Next, 0.035 part of antimony trioxide and 0.04 part of trimethyl phosphonite are added, and a pre-polymerization is conducted under a gentle decreased pressure at 240 - 270°C. Further, a polycondensation reaction is conducted under high vacuum conditions at 270 - 280°C.

The reaction is completed in 4 hours.

[0046]

The maximum viscosity of obtained polyethylene terephthalate is 0.65. Next, this polymer is chipped, dried, and extruded at

290 - 300°C by a film molder and cooled by a cooling drum. A 210 μ non-drawn film is formed. Successive biaxial drawings are conducted 3.5 times vertically at 90° and 4.0 times horizontally direction at 100°C. Further, a fixation is conducted for 30 seconds at 205°C, and a polyethylene terephthalate film (14 μ thickness) is made.

[0047]

A slide facilitation treatment solution [which contains calcium carbonate and silicon] is coated and dried on one surface of the film by using a polyurethane resin and vinyl chloride-vinyl acetate copolymer as the binder. A 0.1 μ -thick cobalt-nickel alloy thin film is continuously formed over the reverse surface which is not coated with the solution. The result is cut into the machine direction of the film at a specific width and is made into 15 μ -thick magnetic tape. The properties are shown in Table 1.

[0048]

Example 2:

A magnetic tape is obtained in the same manner as in Example 1's manufacture of the base film except the density of the added colloidal silica is set as 0.1 wt.%.

[0049]

Example 3:

A magnetic tape is obtained in the same manner as in Example 1's manufacture of the base film except the density of the added colloidal silica (average grain diameter:100m μ) is set as 0.1

wt.%. The tape properties are shown in Table 1.

[0050]

Comparative Example 1:

A magnetic tape is obtained in the same manner as in Example 1's formation of polymer except for using EG [which is dispersed by high steep agitator and contains a dry-type silica (60mμ average grain diameter)] instead of using EG [which contains 10 wt.% density colloidal silica]. The tape properties are shown in Table 1.

[Table 1]

THIS PAGE BLANK (USPTO)

- 1... example
- 2... comparative example
- 3... inactive inorganic grain
- 4... protrusion condition of film surface
- 5... tape properties
- 6... reference
- 7... grain seed
- 8... average grain diameter
- 9... surface ratio area
- 10...added amount
- 11...grain degree distribution
- 12...area average diameter
- 13...surface average diameter D^{**} / surface average diameter D^{**}
- 14...maximum protrusion height
- 15...number of protrusions
- 16...normal temperature and normal humidity
- 17...high temperature and high humidity
- 18...ratio
- 19...drop out piece/min.
- 20...movement properties
- 21...scratch resistance
- 22...electromagnetic conversion properties
- 23...colloidal silica
- 24...dry-type means silica
- 25...detection of silica aggregate matter in a film

[0052]

[Effect of the Invention]

As is explained above, this invention is a film to which is added a colloidal silica having a specific grain diameter distribution in a polyester and the electromagnetic conversion properties are good smoothness, scratch resistance and good movement properties at a high temperature and high humidity.

Translator's note:

* = phonetic transliteration

**= illegible

Patent Applicant: To-Rai KK